

jp50016722/pn.

L4 ANSWER 1 OF 1 WPINDEX COPYRIGHT 2004 THOMSON DERWENT on STN
ACCESSION NUMBER: 1975-64570W [39] WPINDEX
TITLE: Mat powder paints - prepd by dry blending paints with
thermosetting (thermoplastic) resins mixt.
DERWENT CLASS: A14 A82 G02 P42
PATENT ASSIGNEE(S): (NIPA) NIPPON PAINT CO LTD
COUNTRY COUNT: 1
PATENT INFORMATION:

PATENT NO	KIND	DATE	WEEK	LA	PG	MAIN	IPC
JP 50016722	A	19730221	(197539)*				<--
JP 53006660	B	19780310	(197814)				

PRIORITY APPLN. INFO: JP 1973-67274 19730614
INT. PATENT CLASSIF.: B05D005-02; C09D005-00
BASIC ABSTRACT:

JP 50016722 A UPAB: 19930831

The paints were prepd. by dry blending powd. paints contg. thermosetting resins as vehicles with powd. paints contg. thermosetting or thermoplastic resins which had m. ps different from those for the first resins as vehicles. In example, a mixt. of rutile 20, a poly(glycidyl acrylate) (I) resin (m.p. 58-65 degrees) 76, a levelling agent 0.5, and dicyandiamide 3.5% was blended with a mixt. of rutile 20, I(m. p. 87-93 degrees) 76, a leveling agent 0.5, and dicyandiamide 3.5% and coated on steel.

FILE SEGMENT: CPI GMPI
FIELD AVAILABILITY: AB
MANUAL CODES: CPI: A12-B01; G02-A02



① 日本国特許庁

公開特許公報

特 許 願

(2000円)

昭和48年6月14日

特許庁長官 三宅 幸夫 殿

1. 発明の名称

艶消し粉体塗料の製造法

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数

3. 発明者

住所 東京都墨田区横山1丁目6番3-823

氏名 萩 田 竜彦 志

4. 特許出願人

住所 大阪府大阪市東淀川区花3丁目1番地の1

氏名

(名称) 日本ペイント株式会社

代表者 萩 田 竜彦 志

国籍

5. 代理人

住所 東京都港区芝罘平町13番地 野村浩二ノ門ビル

電話 504-0721

氏名 井理士 (6579)

青 木

朗

(外 3 名)

⑪特開昭 50-16722

⑬公開日 昭50.(1975) 2. 21

⑫特願昭 48-67274

⑫出願日 昭48.(1973) 6. 14

審査請求

未請求

(全6頁)

庁内整理番号

⑫日本分類

7045 48

6701 48

24BXC04

24BXC42

明 細 書

1. 発明の名称

艶消し粉体塗料の製造法

2. 特許請求の範囲

熱硬化性樹脂をビヒクルとして調製せる粉体塗料(A)と、該熱硬化性樹脂とは融点が相違する熱硬化性樹脂または熱可塑性樹脂をビヒクルとして調製せる粉体塗料(B)の少なくとも一種とを乾式混合することを特徴とする艶消し粉体塗料の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は艶消し粉体塗料の製造法に関する。

従来、溶剤型塗料における艶消しの手法として、艶消剤、例えば種々の酸化ケイ素、ポリエチレンワックスあるいは多量の顔料を塗料中に混入する方法が採られてきた。然しながら、粉体塗料の艶消し手法として有用な方法は現在までのところ知られていない。従来溶剤型塗料に対し採られてきた上述の手法を粉体塗料に適用しても満足すべき艶消効果は達成されず、また多量の艶消剤を配合すると仕上り塗膜肌を悪くする等の難点を生じる。

例えば、ポリエチレンワックスを配合した場合は、これが塗膜表面に浮き上がるため、一旦艶消状態が得られても塗膜表面を摩擦すると艶が出てくる。また、多量の顔料を配合すると仕上り塗膜肌が悪くなると共に塗膜物性も著しく低下する。

本発明は、従来の粉体塗料では達成できなかった良好な仕上り塗膜肌と艶消し状態とを兼備せる粉体塗料の提供を目的とするものである。

本発明に係る艶消し塗料の製造法は、熱硬化性樹脂をビヒクルとして調製せる粉体塗料(A)と、この熱硬化性樹脂とは融点が相違する熱硬化性樹脂または熱可塑性樹脂をビヒクルとして調製せる粉体塗料(B)の少なくとも一種とを乾式混合することを特徴とする。

本発明方法によって得られる艶消し塗料の艶の程度は、主として各粉体塗料中にビヒクルとして配合されている樹脂の融点の温度差に依存して変る。艶消し効果は上記温度差が5℃前後となると明瞭に出現し、温度差の増大と共に顕著になる。従って、樹脂の種類を適宜選定することによって

5

10

15

20

艶消しの程度を任意に調節することができる。通常、調節可能な艶消しの程度は60度鏡面反射率で約10乃至約90の範囲である。然しながら、60度鏡面反射率で約20以下と言う強度の艶消効果を達成するには、一般に、樹脂の融点の温度差が約45℃以上あることが望ましい。

ある融点を有する熱硬化性樹脂をビヒクルとして含む粉体塗料(A)と上記とは異なる融点を有する熱硬化性樹脂または熱可塑性樹脂をビヒクルとして含む粉体塗料(B)はいずれも常法に従って調製できるが、これらから得られる塗膜はそれぞれかなりの光沢を有し、その60度鏡面反射率は90以上である。然しながら、本発明に従って、(A)、(B)両粉体塗料を乾式混合して得られる粉体塗料(C)の塗膜は、これを焼付硬化すると(A)、(B)両粉体塗料中に含まれる樹脂のうち融点の低い方の樹脂が先に熔融し、次いで融点の高い方の樹脂が熔融することになり、これが冷却固化すると艶引け状態の塗膜を形成する。かかる艶消し効果は主として(A)、(B)両粉体塗料中にそれぞれビヒクルとして含

まれる樹脂の熔融温度の差に依存して決まる。また、かかる艶消効果をもたらすためには(A)、(B)両粉体を乾式混合することおよび(A)、(B)両粉体塗料中にそれぞれビヒクルとして含まれる樹脂のうち少くとも一方が熱硬化性樹脂であることが肝要である。また艶引けの程度は融点の異なる2種の粉体塗料(A)、(B)の配合割合にも依存し、両者の配合比を変えることにより艶引けの程度を任意に調節することができる。両者の配合比は通常8:2~2:8の範囲で適宜設定することが好ましく、この比が実質的に1:1であるとき最高の艶消効果が得られる。

本発明方法において使用される熱硬化性樹脂としては、例えば、グリシジルアクリレート系、ヒドロキシエチルアクリレート系、メタロールアクリルアミド系等の熱硬化性アクリル樹脂、ならびに例えばシエル化学社製のエピコート1001、同1004、同1006およびダウケミカル社のD&B 664、同667等として知られるエポキシ樹脂が挙げられるが、必ずしもこれらに限定さ

れることはなく、熱硬化型粉体塗料を形成し得る樹脂の中から選ぶことができる。これら熱硬化性樹脂には硬化剤を併用するが、硬化剤はそれぞれの樹脂に常用されるものの中から選ぶことができる。例えば、エポキシ樹脂の場合はアミン類、ポリアミド類、酸無水物等の中から選ばれる。また、熱可塑性樹脂としては、例えば東レ製のCM-4000、CM-530等として知られるポリアミド、および製鉄化学製のフローセン、三井ポリケミカル製のミラソン等として知られるポリエレンが挙げられるが、これらに限定されることはなく、粉体塗料を形成し得る熱可塑性樹脂の中から選ぶことができる。

粉体塗料(A)および(B)、さらにこれらから艶消し粉体塗料(C)を調製する方法の概要は次のとおりである。まず、樹脂、顔料、樹脂硬化剤(熱可塑性樹脂の場合は不要)および必要に応じて、例えばモンサントケミカル製のモダフロー等の添加剤を予備混合する。樹脂の配合割合は特に限定されないが通常30乃至95重量%程度である。予備混

合は、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等を用いてそれらの回転翼を例えば100~3000r.p.m. 程度で回転せしめて行う。予備混合せる材料は、次いで、例えばエクストルーダー、ホットロール、ホットニードル等を用いて通常60°~150℃程度に加熱して熔融混合する。熔融混合後、間接冷却し、次いでヘンマーミル、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等を用いて粗粉砕する。このように調製せる粉体塗料(A)粗粉品と粉体塗料(B)粗粉品とをヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等を用いて乾式混合(ドライブレンド)し、さらにビクトリーミル、アトマイザー等を用いて粉砕し、最後にプロアシフター、マイクロセパレーター等を用いて篩がけして粉体塗料(C)とする。粉砕および篩がけは、得られる粉体塗料(C)が30乃至250ミクロンの平均粒径および正規分布に近い粒度分布を示すように行うことが望ましい。なお、上述の手順に代えて、両粉体塗料(A)および(B)を粗粉品として混合せずに、それぞれ別個に粉砕および篩がけを行った後に両者を乾式

混合することもある。また、本発明は、それぞれ融点の異なる樹脂（少くとも一つは熱硬化性樹脂）をビヒクルとして含む2種の粉体塗料を混合する方法に限定されるものではなく、3種以上の粉体塗料を用いても優れた艶消効果を達成することができる。

以下、実施例について本発明方法をさらに詳細に説明する。

各実施例において、「%」は重量%を意味し、また塗膜の艶の程度は、村上式光沢計GM-3Mを用いて60度鏡面反射率を測定しこれを以て評価した。

実施例 1

次掲(A)、(B)両配合物をそれぞれ別個に予備混合、熔融混合（110℃）、次いで粗粉碎して粉体塗料粗砕品(A)および(B)を調製した。

(A)		(B)		
顔料	ルチル型チタン白 20.0% (ブリティッシュタン 社製 RCR-3)	全	左	20.0%
樹脂	グリシジルアクリレート系 76.0% アクリル樹脂 (融点58~65℃)	グリシジルアクリレート系 76.0% アクリル樹脂 (融点87~93℃)		
レベリング剤	モダフロー (モンサントケミカル社製)	0.5%	全	左
硬化剤	ジシアングジアミド	3.5%	全	左

両粉体塗料粗砕品(A)および(B)を乾式混合、粉碎、次いで篩がけして、粒子径200ミクロン以下、平均粒子径約80ミクロンの粉体塗料(C)を得た。この粉体塗料(C)から次の条件下に塗膜を作成した。

被塗装物：SPC-1鋼板
1000×1000×1.0mm
塗装方法：粉体静電塗装（サメス社製スター
ジェット使用、負荷電圧-60KV）
塗膜焼付条件：電熱式均熱乾燥炉使用、
200℃×20分
焼付後の仕上塗膜厚：80±10ミクロン

仕上塗膜の外観および物性共に良好であり、60度鏡面反射率は3Dであった。

実施例 2

次掲(A)、(B)両配合物から実施例1と同様な手法に従って粒子径200ミクロン以下、平均粒子径約70ミクロンの粉体塗料(C)を調製した。但し、(A)、(B)両配合物の熔融混合はそれぞれ80℃、および125℃で行った。

(A)		(B)		
顔料	ルチル型チタン白 (RCR-3) 30.0%	全	左	30.0%
樹脂	エポキシ樹脂（シエル化学製） 66.0% エポコート1001、1007、 融点64-74℃	エポキシ樹脂（エビコート） 66.0% 融点122-132℃		
レベリング剤	モダフロー	0.3%	全	左
硬化剤	エビキュアDX-108 (シエル化学製) ジシアングジアミド	1.5% 1.5%	全	左

粉体塗料(C)から次の条件下に塗膜を作成した。

被塗装物：SPC-1鋼板
0.8×50×2.0mm
塗装方法：粉体静電塗装（ランズバーク社製
RSPガン使用負荷電圧-90KV）

塗膜焼付条件:実施例1と同一

焼付後の仕上塗膜厚:60±10ミクロン

仕上塗膜の外観物性共に良好であり、60度鏡面反射率は60であった。

実施例 3

次掲(A)、(B)両配合物から実施例1と同様な手法に従って粒子径200ミクロン以下、平均粒子径約100ミクロンの粉体塗料(C)を調製した。但し、(A)、(B)両配合物の熔融混合はそれぞれ150℃および110℃で行った。

	(A)	(B)
顔料	ルチル型チタン白 ROR-3 20.0%	全 左 20.0%
樹脂	脂:ポリアミド(東レ製 OM-530、ナイロン、 融点100~130℃) 7.5%	グリンジルアクリレ- ート系アクリル樹脂 (融点87~93℃) 7.0%
レベリング剤	モダフロー 0.5%	全 左 0.5%
硬化剤	—	ジアンジアミド3.5%

	(A)	(B)
顔料	ルチル型チタン白 ROR-3 20.0%	全 左 20.0%
樹脂	脂:ポリエチレン(三井ボ リケミカル製ミラソン 68、融点80-85℃) 7.5%	グリンジルアクリレ- ート系アクリル樹脂 (融点87~93℃) 7.0%
レベリング剤	モダフロー 0.5%	全 左 0.5%
硬化剤	—	ジアンジアミド 3.5%

粉体塗料(C)から次の条件下に塗膜を作成した。

被塗装物:実施例3と同一

塗装方法:実施例2と同一

塗膜焼付条件:電熱式均熱熱風炉使用、
170℃×20分

焼付後の仕上塗膜厚:100±10ミクロン

粉体塗料(C)から次の条件下に塗膜を作成した。

被塗装物:SPC-1鋼板、
0.8mm×500mm×500mm塗装方法:粉体静電塗装(日本工芸社製バ
ウダーサイクロン使用、使用負
荷電圧-90KV)。塗膜焼付条件:電熱式均熱熱風乾燥炉使用、
220℃×20分

焼付後の仕上塗膜厚:100±10ミクロン

仕上塗膜の外観物性共に良好であり、60度鏡面反射率は70であった。

実施例 4

次掲(A)、(B)両配合物から実施例1と同様な手法に従って粒子径200ミクロン以下、平均粒子径約120ミクロンの粉体塗料(C)を調製した。但し、(A)、(B)両配合物の熔融混合はそれぞれ120℃および110℃で行った。

仕上塗膜の外観、物性共に良好であり、60度鏡面反射率は60であった。

実施例 5

種々の融点を有するグリンジルアクリレ-ート系アクリル樹脂(表I参照)を用いて次の配合組成から実施例1と同様な手法に従って種々の粉体塗料粗砕品を調製した。それぞれ2種の粉体塗料粗砕品(A)および(B)を実施例1と同様な手法に従って乾式混合、粉碎、篩がけして粒子径200ミクロン以下、平均粒子径約100ミクロンを有する7種の粉体塗料(C)を調製した。

粉体塗料(A)、(B)の配合組成

顔料	ルチル型チタン白ROR-3 20.0%
樹脂	脂:グリンジルアクリレ-ート系 アクリル樹脂 7.0%
レベリング剤	モダフロー 0.5%
硬化剤	ジアンジアミド 3.5%

粉体塗料(C)から次の条件下に塗膜を作成して
60度鏡面反射率を測定したところ、表1の結果
を得た。

被 塗 装 物：BPC-1銅板
0.8mm×50mm×200mm

塗 装 方 法：実施例2と同一

塗 膜 焼 付 条 件：電熱式均熱風炉使用、
180℃×20分

塗膜焼付後の仕上塗膜厚：70±10ミクロン

表 1

グリシジルアクリレート系 アクリル樹脂の融点(℃)		融 点 温度(℃)	粉体塗料(C)の鏡 面反射率(60度鏡面反射率)
(A)	(B)		
58-65	58-65	0	9.7
87-93	87-93	0	9.6
58-65	63-71	約5	9.0
"	67-88	約10	6.5
"	87-93	約30	3.0
"	106-120	約50	1.5
63-71	87-93	約20	4.0

塗 装 方 法：実施例1と同一

塗 膜 焼 付 条 件：実施例2と同一

焼付後の仕上塗膜厚：70±10ミクロン

仕上塗膜の外観、物性共に良好であり、60度
鏡面反射率は10であった。

比較例 1

実施例1に示した(A)、(B)両配合組成から実施例
1と同一手法に従って2種の粉体塗料粗砕品(A)お
よび(B)を調製した。この粉体塗料粗砕品(A)および
(B)を予備混合、熔融混合(110℃)、粉碎、次
いで篩がけして、粒子径200ミクロン以下、平
均粒子径約80ミクロンの粉体塗料(C')を得た。
この粉体塗料(C')から実施例1と同一条件下に
塗膜を作成して、鏡面反射率を測定したところ60
度鏡面反射率は9.5であった。

実施例1と比較すれば明らかなように、それぞ
れ融点の異なる熱硬化性樹脂を含む2種の粉体塗
料(A)および(B)を混合する場合、熔融混合したので

注※(A)と同一樹脂を使用(比較例)

実施例 6

融点の異なる4種のグリシジルアクリレート系
アクリル樹脂(融点58~65℃、87~93℃
および106~120℃)をそれぞれ用いて次の
配合組成から実施例1と同様な手法に従って4種
の粉体塗料粗砕品を調製した。この4種の粉体塗
料粗砕品を乾式混合し、実施例1と同様に処理し
て、粒子径200ミクロン以下、平均粒子径約
80ミクロンの粉体塗料(C)を調製した。

顔 料：ルチル型チタン白ROR-3 20.0%

樹 脂：アクリル樹脂 76.0%

レベリング剤：モダフロー 0.5%

硬 化 剤：ジシアンジアミド 3.5%

粉体塗料(C)から次の条件下に塗膜を作成した。

被 塗 装 物：実施例3と同一

は事実上艶消効果は達成されず、満足すべき艶消
効果を達成するには乾式混合が必須である。

比較例 2

融点の異なる2種のポリエチレン(三井ポリケ
ミカル製、ミラソン68〔融点80~85℃〕お
よびミラソン67〔融点95~105℃〕)をそ
れぞれ別個に用いて実施例4の(A)と同様な配合組
成から実施例4と同様な手法に従って2種の粉体
塗料粗砕品を調製した。この2種の粉体塗料粗砕
品を乾式混合し、実施例4と同様に処理して、粒
子径200ミクロン以下、平均粒子径約80ミク
ロンの粉体塗料(C')を調製した。この粉体塗料
(C')から次掲(a)、(b)両条件下に塗膜を作成した。

(a) (b)

被 塗 装 物：実施例3と同一 全 左

塗 装 方 法：実施例2と同一 全 左

塗膜焼付条件(電熱
式均熱風炉使用)：110℃×20分 200℃×20分

焼付後の仕上塗膜厚：100±50ミクロン 100±10ミクロン

条件(a)の下に作成した塗膜は、60度鏡面反射率が60であったが、凹み、ハジキが多く平滑性に欠けていた。条件(b)の下に作成した塗膜の塗膜肌は良好であったが、60度鏡面反射率は95であった。結局、それぞれ融点の異なる樹脂を含む粉体塗料を乾式混合しても、両樹脂が共に熱可塑性樹脂である場合は、艶消効果および塗膜肌の両者共満足できる結果は得られないことが判明した。すなわち、乾式混合して得られる粉体塗料中に含まれる2種の熱可塑性樹脂のうち融点の高い方の樹脂の融点近傍で焼付けると塗膜から艶は消えるが塗膜肌が粗くなり、平滑性が欠ける。また、平滑な塗膜肌を形成するため、一層高い温度で焼付けると殆ど艶消効果が得られない。

6. 添附書類の目録

(1) 願 望 副 本	1 通
(2) 明 細 書	1 通
(3) 図 面	1 通
(4) 委 任 状	1 通

7. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発 明 者

な し

(2) 特許出願人

な し

(3) 代 理 人

住所 東京都港区芝罘平町13番地静光虎ノ門ビル

電話 504-0721

氏 名 弁理士(7210) 西 館 和 之 郎

住 所 同 所

氏 名 弁理士(7079) 内 田 幸 男

住 所 同 所

氏 名 弁理士(7107) 山 口 昭 之 郎

昭 51 11. 9 第 11

手続補正書

昭和 51 年 6 月 14 日

特許庁長官 片 山 石 郎 殿

特許法第17条の2による補正の掲載
昭和 48 年特許願第 67274 号(特開昭
50-16722 号 昭和 50 年 2 月 21 日
発行公開特許公報 50-168 号掲載)につ
いては特許法第17条の2による補正があったので
下記の通り掲載する。

庁内整理番号

日本分類

7045 48

2431C04

6701 48

2441C42

1. 事件の表示

昭和 48 年 特許願 第 067274 号

2. 発明の名称

艶消し粉体塗料の製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 称 日本ペイント株式会社

4. 代 理 人

住 所 東京都港区芝罘平町13番地

静光虎ノ門ビル 電話(504)0721

氏 名 弁理士(6579) 青 木 朗

(外 名)

5. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

6. 補正の内容

明細書 8 頁 16 行、14 頁 9 行および 18
頁 10 行にそれぞれ「乾式混合」とある前に
「重量比で 1 : 1 に」を加入する。